

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-017405

(43)Date of publication of application : 26.01.1993

(51)Int.Cl.

C07C 69/86

C09K 19/20

C09K 19/42

G02F 1/13

(21)Application number : 03-189293

(71)Applicant : KANEBO LTD

(22)Date of filing : 02.07.1991

(72)Inventor : FUKUSHIMA YUKIHIRO

ISHIKAWA ATSUSHI

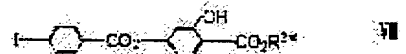
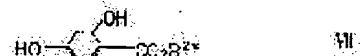
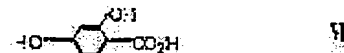
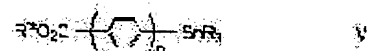
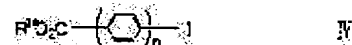
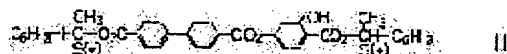
HORIKAWA YUKIO

(54) OPTICALLY ACTIVE COMPOUND AND CHIRAL SMECTIC LIQUID CRYSTALLINE COMPOSITION USING THE SAME COMPOUND

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide new optically active compounds showing a remarkably spontaneous polarization and suitable for a liquid crystalline display device excellent in rapid response.

CONSTITUTION: Optically active compounds of formula I (R1* and R2* are 4-20C optically active group; (n) is 1 or 2, e.g. 3-hydroxy-4-[S(+)-1-methylheptyloxycarbonyl phenyl] 4'-[S-(+)-1-methylheptyloxycarbonyl biphenyl-4-carboxylate] of formula II. The compounds of formula I can be obtained, e.g. by the method mentioned below; Para-iodobenzoic acid of formula III is reacted with an optically active alcohol to synthesize an aromatic carboxylic acid ester of formula IV and the alkyltin substitution of the aromatic halide is carried out in the presence of a transition metal catalyst to obtain a compound of formula V. On the other hand, 2,4-dihydroxybenzoic acid of formula VI is esterified by using an optically active alcohol to obtain a compound of formula VII and para-iodobenzoic acid is reacted therewith to obtain a compound of formula VIII. The compound of formula V is finally reacted with the compound of formula VIII, thus obtaining the objective compound of formula I.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 5 - 1 7 4 0 5

(43) 公開日 平成 5 年 (1 9 9 3) 1 月 2 6 日

(51) Int. Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C07C 69/86		9279-4H		
C09K 19/20		6742-4H		
19/42		6742-4H		
G02F 1/13	500			

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平 3 - 1 8 9 2 9 3

(22) 出願日 平成 3 年 (1 9 9 1) 7 月 2 日

(71) 出願人 0 0 0 0 0 9 5 2

鐘紡株式会社

東京都墨田区墨田五丁目 1 7 番 4 号

(72) 発明者 福島 幸裕

大阪市都島区友渕町 1 丁目 6 番 9 - 1 0 2 号

(72) 発明者 石川 篤

大阪市都島区友渕町 1 丁目 6 番 5 - 4 0 1 号

(72) 発明者 堀川 幸雄

大阪府松原市柴垣 1 丁目 2 7 番 1 2 号

(54) 【発明の名称】 光学活性化合物及びそれを用いたカイラルスメクチック液晶組成物

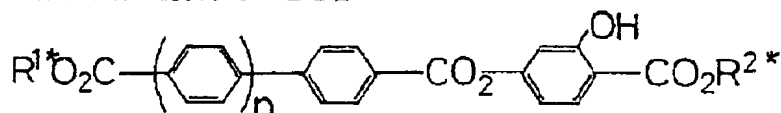
(57) 【要約】

【目的】 大きな自発分極を有し、かつ高速応答性に優れた液晶表示素子用の光学活性化合物及びそれを含有するカイラルスメクチック液晶組成物を提供することを目

的とする。

【構成】 一般式 [1]

【化 1】



(ただし式中 R¹* 及び R²* は炭素数 4 ~ 20 を有する光学活性基を示す。n は 1 または 2 の整数を表わす。) で示される光学活性化合物並びに、前項の一般式 [1] で

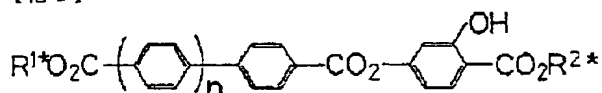
示される化合物を含有するカイラルスメクチック液晶組成物を特徴とする。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式〔1〕

【化1】



(ただし式中 R^{1*} 及び R^{2*} は炭素数4～20を有する光学活性基を示す。 n は1または2の整数を表す。)で示される光学活性化化合物。

【請求項2】 前項の一般式〔1〕で示される化合物を含有することを特徴とするカイラルスメクチック液晶組成物。

【発明の詳細な説明】

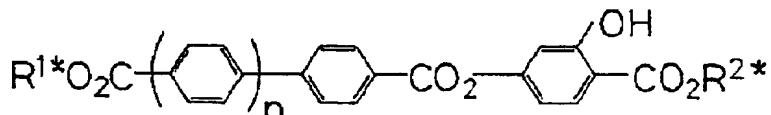
【0001】

【発明の利用分野】 本発明は、新規光学活性化化合物及び、それを含む応答性に優れた液晶画像表示用のカイラルスメクチック液晶組成物に関する。

【0002】

【従来技術】 情報化社会の進展に伴って、パーソナルコンピュータやワードプロセッサなどの情報機器のディスプレイデバイスが広く利用されている。なかでも液晶ディスプレイは、①薄型平面②軽量③低電圧駆動④低消費電力などの長所に加えて、フォーカスのずれがなく鮮明であり、しかもそれ自体発光しない受光型であるため、屋外のような明るい場所でも見やすい等の利点があり、ディスプレイデバイスの代表的地位を占めつつある。

【0003】 しかし、現在使用されている液晶ディスプレイの表示方式である、TN(ツイステッド・ネマチック)型では原理的に応答速度が遅い、あるいはメモリー性がない等の欠点があるため、高画質の動作表示が得にくく、高速の応答が必要とされる光通信や光シャッター素子への応用は難しい。そのためTN型表示方式に代わる新しい液晶表示方式が種々試みられているが、その一つに強誘電性液晶を利用する表示方式がある。(N. A. Clarkら: Applied Phys. Lett. 86, 899 (1980))



(ただし式中 R^{1*} および R^{2*} は、炭素数4～20を有する光学活性基を示す。 n は1又は2の整数を表す。)次に本発明を詳しく説明する。

【0008】 本発明の光学活性化化合物は、前記一般式〔1〕で表されるものであり R^{1*} 及び R^{2*} は共に、炭素数4～20を有する光学活性基であるが、液晶分子の配向性から炭素数5～16のアルキル基が好ましく、又不斉炭素の位置はエステル基に直接または炭素を一つ介して結合し、さらにその絶対配置は互いに逆であると自発分極が打ち消されて小さくなるので、同一であることが

2

【0004】 この方式は強誘電性液晶のカイラルスメクチックC相(以下、 S_c' 相と略称する。)あるいは、カイラルスメクチックH相(以下、 S_H' 相と略称する。)を利用し自発分極と印加電圧との相互作用によりTN型表示方式の1000倍もの高速応答が可能で、かつ電源を切っても表示の記憶が得られる特徴を有する為、強誘電性液晶化合物の開発が活発に進められている。

【0005】 ところで、強誘電性液晶の応答時間 τ は、近似的に〔2〕式で

$$\tau = \eta / P; E \dots [2]$$

(式中 η は粘度、 P は自発分極また E は電界強度を表す。)与えられる。従って、電界強度が一定ならば自発分極が大きい程、高速応答性が得られる。一般的に自発分極に寄与するのは、分子の短軸方向の双極子であり、できるだけ大きな双極子を持つ分子構造が望ましい。そこで、自発分極を大きくするために、大きな双極子を持つ置換基を不斉中心の近傍に複数個導入する方法が数多く試みられているが、それらの S_c' 化合物は粘度が大きく、しかも複数の双極子が立体的要因から互いに逆方向を向き、その効果を相殺してしまう等の理由から、実質的に大きな自発分極を有し、高速応答性に優れた強誘電性液晶化合物は得られていないのが現状である。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、このような事情に鑑みなされたものであって、その目的とするところは、大きな自発分極を有し、かつ高速応答性に優れた液晶表示素子用の光学活性化化合物及びそれを含有するカイラルスメクチック液晶組成物を提供することにある。

【0007】

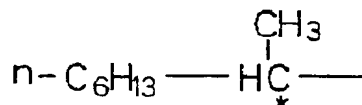
【課題を解決するための手段】 上述の目的は、下記一般式〔1〕にて示される光学活性化化合物及びそれを含有してなるカイラルスメクチック液晶組成物により構成される。

【化2】

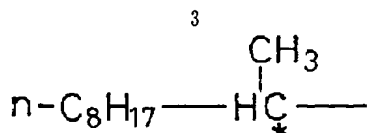
好ましい。更に不斉炭素を除く部分は直鎖状である方が望ましい。望ましい光学活性基としては、例えば次のような構造が挙げられる。

【0009】

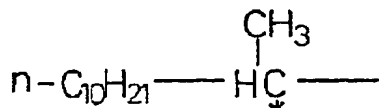
【化3】



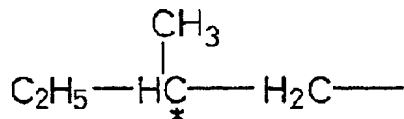
【化4】



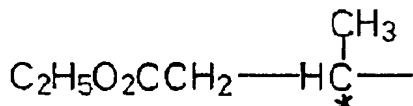
【化 5】



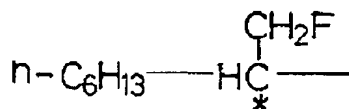
【化 6】



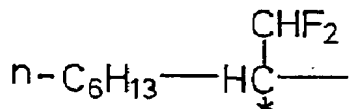
【化 7】



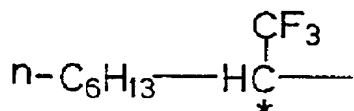
【化 8】



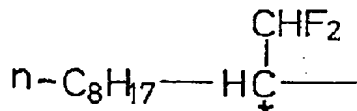
【化 9】



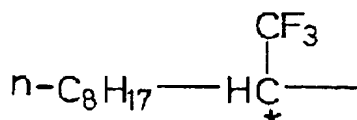
【化 1 0】



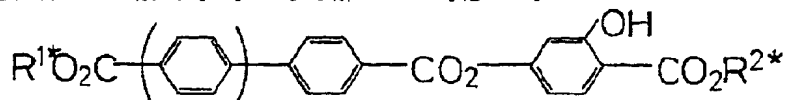
【化 1 1】



【化 1 2】



【0 0 1 0】本発明の化合物は、一般式 [1] から解

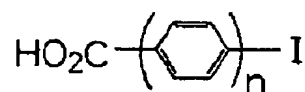


4

るように、2つの光学活性部の近傍に大きな双極子のカルボニル基を持ち、しかもその一方のオルソ位に水酸基を導入することにより、自発分極を誘起する双極子の数を増すと共に、更に水酸基とカルボニル基の分子内水素結合により、それらの双極子を同一方向に固定化した構造を有するため、それを含有するカイラルスメクチック液晶組成物により、きわめて大きな自発分極と高速応答性を特徴とする液晶素子を作製できる。

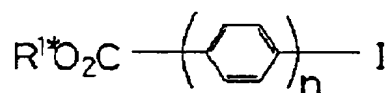
【0 0 1 1】本発明の光学活性化合物は、従来公知の方法を適宜組み合わせる製造すれば良く、次のような合成経路により達成される。

【化 1 3】



(II)

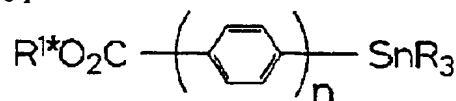
【化 1 4】



20

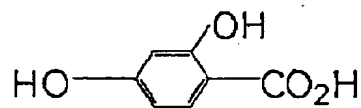
(III)

【化 1 5】



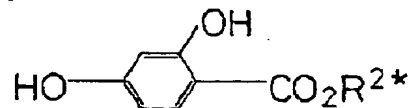
(IV)

【化 1 6】



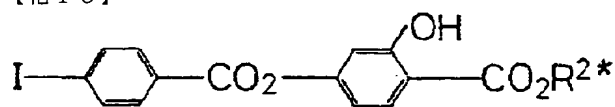
(V)

【化 1 7】



(VI)

40 【化 1 8】



(VII)

【化 1 9】

(I)

【 0 0 1 2 】すなわち、a) パラヨウド安息香酸 (4 - ヨウド - 4 ' - ビフェニルカルボン酸) と光学活性アルコールとのエステル化、b) 遷位金属触媒による芳香族ハロゲンのトリアルキルスズ置換、c) 2、4 - ジヒドロキシ安息香酸と光学活性アルコールとのエステル化、d) パラヨウド安息香酸と 2、4 - ジヒドロキシ安息香酸エステルとのエステル化、e) 芳香族トリアルキルスズと芳香族ハロゲン化物とのカップリング反応の 5 段階からなる。

【 0 0 1 3 】まず a) の反応で、一般式 (I) で示される芳香族カルボン酸と光学活性アルコールより、エステル化する反応としては、酸触媒による脱水反応、脱水縮合剤 (例えば、ジシクロヘキシルカルボジイミド) を用いる反応、芳香族カルボン酸を塩化チオニルにより酸クロライドに変換したのちエステル化する方法等が挙げられるが、なかでも反応装置、操作等の簡便性と反応収率との条件から、脱水縮合剤を用いる方法が好ましい。

【 0 0 1 4 】脱水縮合剤 (ジシクロヘキシルカルボジイミド) の使用量は、芳香族カルボン酸及び光学活性アルコールに対して、当量が好ましく、更に 0. 1 倍モル程度のジメチルアミノピリジン、あるいは 4 - ピロリジノピリジンを活性化触媒として加えることがより好ましい。反応溶媒は、充分に脱水したジエチルエーテルまたはテトラヒドロフランが好ましく、基質に対する溶解性と反応性からテトラヒドロフランがより好ましい。反応温度は室温下で、反応時間は使用する芳香族カルボン酸と光学活性アルコールによって異なるが、1 ~ 2 4 時間で達成される。

【 0 0 1 5 】次に b) の反応では、a) で得られた芳香族カルボン酸エステルから、有機金属化合物を合成する。一般に有機金属化合物の金属としては、マグネシウム、銅、亜鉛、リチウム、ホウ素、スズ、アルミニウム等が用いられるが、本発明の有機金属化合物については、置換基にカルボン酸エステルを有するため、芳香族ハロゲンの臭素あるいはヨウ素にのみ選択的に反応するスズが最も好ましい。使用する金属試薬は、ヘキサアルキルスズが好ましく、その使用量は芳香族カルボン酸エステルに対して、1. 0 ~ 8. 0 倍モルであるが、反応収率から 2. 5 ~ 3. 5 倍モルがよく、0 価の P d 触媒存在下 (0. 0 1 ~ 0. 1 倍モル) で反応する。更に芳香族カルボン酸エステルのハロゲン原子もヨウ素以外に臭素でも良い。

【 0 0 1 6 】反応溶媒は、充分に脱水したトルエンを使用し、80 ~ 100℃好ましくは 90 ~ 100℃の反応温度で行い、反応時間は 2 ~ 6 時間が好ましい。次に c) 及び d) の反応は、いずれも芳香族カルボン酸と光学活性アルコールまたは、フェノール誘導体とのエステル化反応であり、a) と同じ合成方法により達成される。ただし c) の反応では、(V) 式で示される芳香族

カルボン酸が 4 位に水酸基を有し、同一分子間でもエステル化反応も進行するため、試薬の添加方法として、まず光学活性アルコールと脱水縮合剤及び活性化触媒を反応溶媒に溶解し、最後に同じ溶媒に溶解した 2、4 - ジヒドロキシ安息香酸を、ゆっくり滴下する方法が好ましい。

【 0 0 1 7 】最後に、(IV) 式で示される芳香族トリアルキルスズと、(VII) 式で示される芳香族ハロゲン化物とのカップリング反応は、遷移金属触媒を用いることにより達成される。

【 0 0 1 8 】使用する触媒は、2 価または 0 価の P d 触媒、あるいは 2 価の N i 触媒が好ましく、なかでも反応時間、反応収率等の条件から、2 価の P d 触媒であるジクロロビス (トリフェニルフォスフィン) パラジウムが最も好ましく、その使用量は、0. 0 1 ~ 0. 1 倍モルで良い。

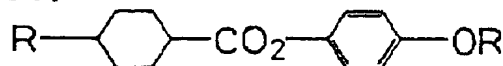
【 0 0 1 9 】反応溶媒は、充分脱水した、テトラヒドロフランあるいは、テトラヒドロフラン / ヘキサメチルリン酸トリアミドの脱水混合溶媒が好ましく、反応収率の点から、テトラヒドロフラン / ヘキサメチルリン酸トリアミド = 4 / 1 の混合溶媒がより好ましい。そして反応は還流下で行い、反応時間は 1 ~ 2 4 時間、より好ましくは、5 ~ 2 4 時間である。

【 0 0 2 0 】a) ~ e) の反応で得られた生成物の分離は通常用いられる。抽出法、蒸留法、再結晶法、クロマトグラフィー法等を適宜選定することにより、容易に行うことができる。

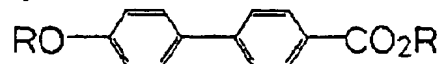
【 0 0 2 1 】本発明の化合物は、単独あるいは他のスメクチック C 相を示す液晶化合物と混合して、カイラルスメクチック液晶組成物にできる。混合する液晶化合物は、スメクチック C 相を有するものならば何れのものでも使用することができるが、例えば次のような液晶化合物が挙げられる。

【 0 0 2 2 】

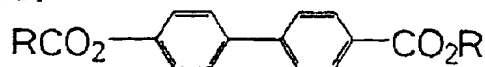
【化 2 0】



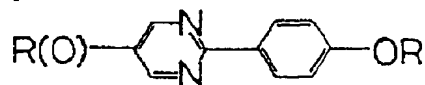
【化 2 1】



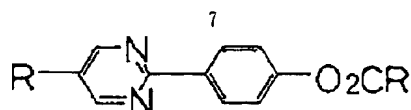
【化 2 2】



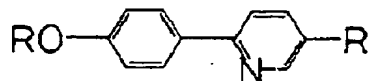
【化 2 3】



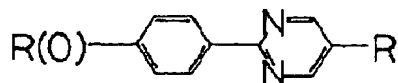
【化 2 4】



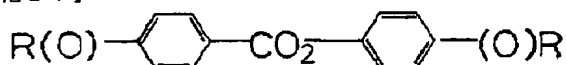
【化25】



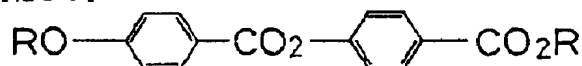
【化26】



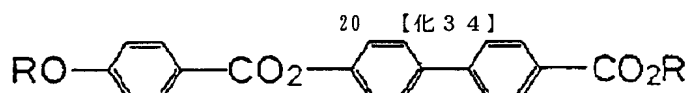
【化27】



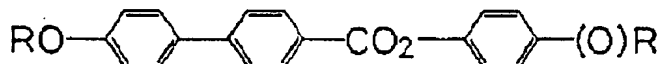
【化28】



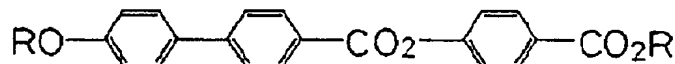
【化29】



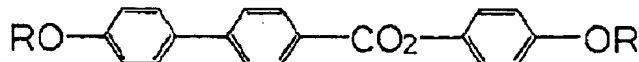
【化35】



【化36】



【化37】

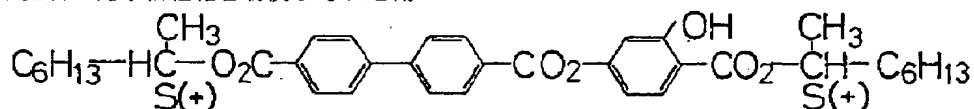


(ただし、Rはアルキル基を示し、カッコ内の酸素原子はあっても無くても良い。)

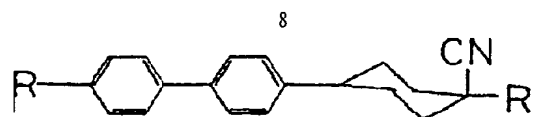
【0023】本発明の化合物の配合量は好ましくは3モル%以上、更に好ましくは5モル%以上でありまた混合する液晶化合物は一種でもあるいは複数種でもよく、目的に応じ適宜選定すれば良い。本発明のカイラルスメクチック液晶組成物は、従来公知の方法で表示素子にできる。

【0024】

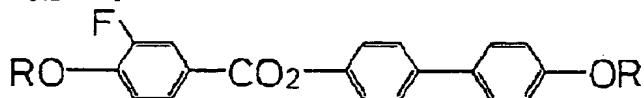
【発明の効果】本発明の光学活性化合物及びそれを用い



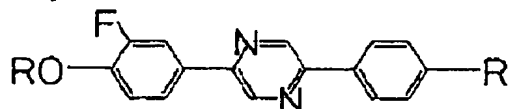
【0026】A) パラトリメチルスズ安息香酸S-(+)-1-メチルヘプチルオキシエステルの製造
パラヨウド安息香酸8.0g(32.3ミリモル)及びS-(+)-2-オクタノール4.2g(32.3ミリモル)を、乾燥テトラヒドロフラン100mlに溶解し、



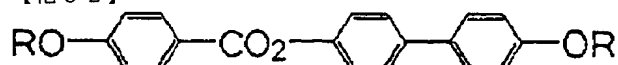
【化30】



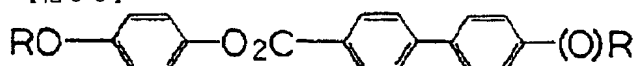
【化31】



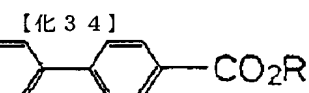
【化32】



【化33】



【化34】



たカイラルスメクチック液晶組成物は、きわめて大きな自発分極を有し、しかも応答速度が従来のTN型表示の数100倍と大きく、それを用いることにより、高画質の動作表示、高速応答性の光スイッチや光シャッターを得ることができる。

【0025】以下に実施例により本発明を具体的に説明する。

【実施例1】[3-ヒドロキシ-4-(S-(+)-1-メチルヘプチルオキシカルボニル)フェニル4'-(S-(+)-1-メチルヘプチルオキシカルボニル)ビフェニル-4-カルボキシレートの製造]

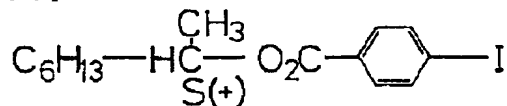
40 【化38】

更に4-ピロリジノピリジン0.48g(3.23ミリモル)及びジシクロヘキシルカルボジイミド6.65g(32.3ミリモル)を加えて、室温下で一夜攪拌する。反応終了後テトラヒドロフラン不溶物をセライトろ過し、溶媒留去して得られた粗生成物をシリカゲルカラ

ムクロマトグラフィーにより精製し、下記の化合物 8.6 g (23.9 ミリモル) を得た。

【0027】

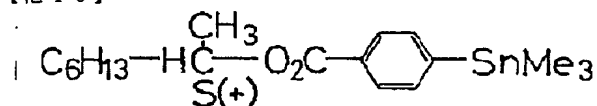
【化39】



(収率 74%) この化合物 3.0 g (8.3 ミリモル) を乾燥トルエン 30 ml に溶解し、ヘキサメチルジチン 8.18 g (25.0 ミリモル) 及び、テトラキス(トリフェニルフォスフィン) パラジウム 0.10 g (0.09 ミリモル) を加え 80℃ で 5 時間加熱撹拌する。反応終了後フッ化カリウム水溶液 100 ml を加え、酢酸エチル 200 ml で抽出する。この酢酸エチル層を中性になるまで水洗した後、溶媒を留去し得られた粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し下記の化合物 3.17 g (8.0 ミリモル) を得た。

【0028】

【化40】



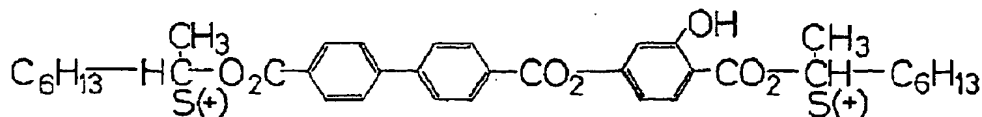
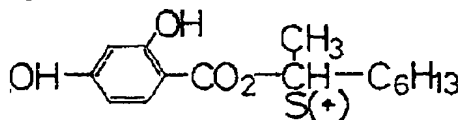
(収率 96%)

【0029】 B) 4-(パラヨウドフェニルカルボキシ)-2-ヒドロキシ安息香酸 S-(+)-1-メチルヘブチルオキシエステルの製造

S-(+)-2-オクタノール 4.2 g (32.3 ミリモル) を乾燥テトラヒドロフラン 40 ml に溶解し、更に 4-ピロリジノピリジン 0.48 g (3.23 ミリモル) 及びジシクロヘキシルカルボジイミド 6.65 g

(32.3 ミリモル) を加えた後、2, 4-ジヒドロキシ安息香酸 5.0 g (32.3 ミリモル) の乾燥テトラヒドロフラン溶液 40 ml をゆっくり滴下し、室温下で一夜撹拌する。反応終了後テトラヒドロフラン不溶物をセライトろ過し、溶媒留去して得られた粗生成物をカラムクロマトグラフィーにより精製し、下記の化合物 3.2 g (12.0 ミリモル) を得た。

【化41】

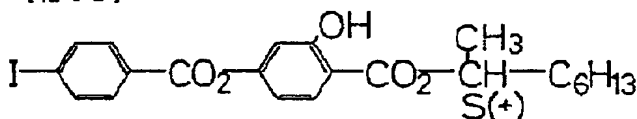


(収率 57%)

(収率 37%)

【0030】 この化合物 3.2 g (12.0 ミリモル) 及びパラヨウド安息香酸 3.0 g (12.0 ミリモル) を乾燥テトラヒドロフラン 50 ml に溶解し、更に 4-ピロリジノピリジン 0.18 g (1.2 ミリモル) 及びジシクロヘキシルカルボジイミド 2.5 g (12.0 ミリモル) を加えて室温下で一夜撹拌する。反応終了後テトラヒドロフラン不溶物をセライトろ過し、溶媒留去して得られた粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、下記の化合物 3.16 g (6.37 ミリモル) を得た。

【化42】



(収率 53%)

【0031】 C) パラトリメチルスズ安息香酸 S-

(+)-1-メチルヘブチルオキシエステルと 4-(パラヨウドフェニルカルボキシ)-2-ヒドロキシ安息香酸 S-(+)-1-メチルヘブチルオキシエステルのカップリング反応

A) で合成したパラトリメチルスズ安息香酸 S-(+)-1-メチルヘブチルオキシエステル 0.48 g (1.2 ミリモル) と、B) で合成した 4-(パラヨウドフェニルカルボキシ)-2-ヒドロキシ安息香酸 S-(+)-1-メチルヘブチルオキシエステル 0.60 g (1.2 ミリモル) を乾燥テトラヒドロフラン 20 ml と乾燥ヘキサメチルリン酸トリアミド 5 ml の混合溶液に溶解し、ビス(トリフェニルフォスフィン) パラジウムクロライド 0.09 g (0.12 ミリモル) を加えて、還流下で一夜加熱撹拌した。反応終了後、フッ化カリウム水溶液 100 ml を加え、酢酸エチル 200 ml で抽出し、更に中性になるまで水洗した後溶媒を留去し、得られた粗生成物をシリカゲルカラムクロマトグラフィーにより精製し、下記の最終化合物 0.41 g (0.68 ミリモル) を得た。

【化43】

11

12

i) $^1\text{H-NMR}$ (プロトン核磁気共鳴スペクトル C D c l ,)

δ (p p m) 0 . 8 ~ 1 . 9 (m 3 2 H) 5 . 2 (m 2 H) 6 . 7 ~ 8 . 4 (m 1 1 H) 1 1 . 1 5 (s 1 H)

ii) IR (赤外吸収スペクトル)

ν (c m $^{-1}$) 3 4 4 4 , 1 7 3 5 , 1 6 9 8 , 1 6 6 4

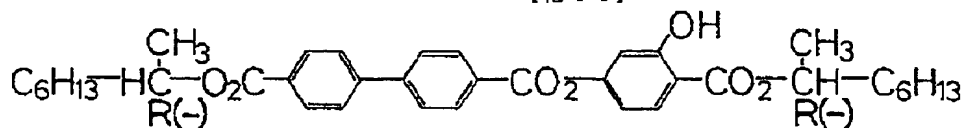
iii) MS (マスマスペクトル)

m / e 6 0 2 (M $^{+}$)

【 0 0 3 3 】

【実施例 2】 [3 - ヒドロキシ - 4 - (R - (-) - 1 - メチルヘプチルオキシカルボニル) フェニル 4 ' - (R - (-) - 1 - メチルヘプチルオキシカルボニル) ビフェニル - 4 - カルボキシレート の製造]

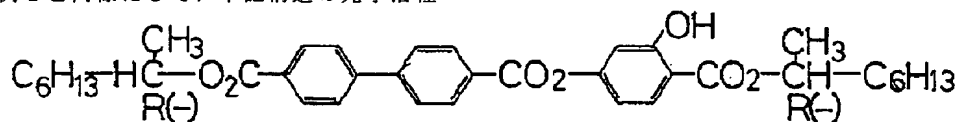
【化 4 4】



【 0 0 3 4 】 実施例 1 の A) の S - (+) - 2 - オクタノールの代わりに、R - (-) - 2 - オクタノールを用いる以外は実施例 1 と同様にして、下記構造の光学活性

化合物を得た。

【化 4 5】



【 0 0 3 5 】 分析値 :

i) $^1\text{H-NMR}$

δ (p p m) 0 . 8 ~ 1 . 9 (m 3 2 H) 5 . 2 (m 2 H) 6 . 7 ~ 8 . 4 (m 1 1 H) 1 1 . 1 5 (s 1 H)

ii) IR

ν (c m $^{-1}$) 3 4 4 4 , 1 7 3 5 , 1 6 9 8 , 1 6 6 4

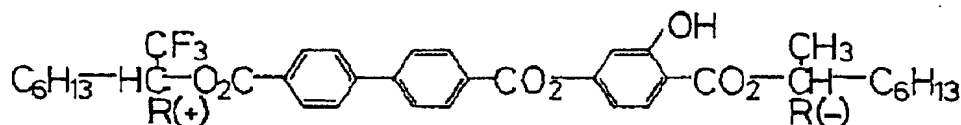
iii) MS

20 m / e 6 0 2 (M $^{+}$)

【 0 0 3 6 】

【実施例 3】 [3 - ヒドロキシ - 4 - (R - (-) - 1 - メチルヘプチルオキシカルボニル) フェニル 4 ' - (R - (+) - 1 - (1 , 1 , 1 - トリフルオロ) メチルヘプチルオキシカルボニル) ビフェニル - 4 - カルボキシレート の製造]

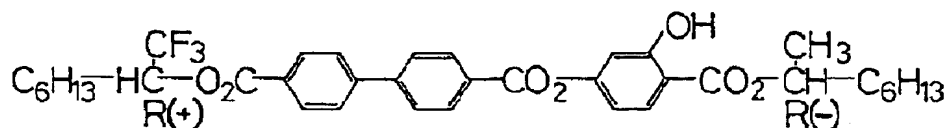
【化 4 6】



【 0 0 3 7 】 実施例 1 の A) の S - (+) - 2 - オクタノールの代わりに 1 , 1 , 1 - トリフルオロ - R - (+) - 2 - オクタノールをそして、B) の S - (+) - 2 - オクタノールの代わりに R - (-) - 2 - オクタ

ノールを用いる以外は実施例 1 と同様にして、下記構造の光学活性化合物を得た。

【化 4 7】



【 0 0 3 8 】 分析値 :

i) $^1\text{H-NMR}$

δ (p p m) 0 . 8 ~ 2 . 1 (m 2 9 H) 5 . 2 (m 1 H) 5 . 6 (m 1 H) 6 . 7 ~ 8 . 4 (m 1 1 H) 1 1 . 1 5 (s 1 H)

ii) IR

ν (c m $^{-1}$) 3 1 5 0 , 1 7 3 8 , 1 6 7 1

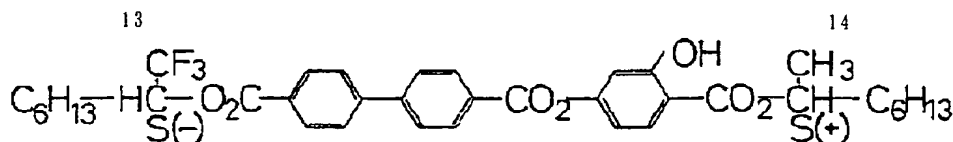
iii) MS

m / e 6 5 6 (M $^{+}$)

【 0 0 3 9 】

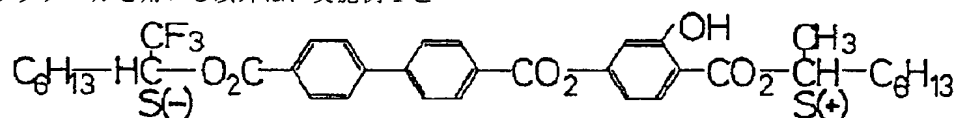
【実施例 4】 [3 - ヒドロキシ - 4 - (S - (+) - 1 - メチルヘプチルオキシカルボニル) フェニル 4 ' - (S - (-) - 1 - (1 , 1 , 1 - トリフルオロ) メチルヘプチルオキシカルボニル) ビフェニル - 4 - カルボキシレート の製造]

【化 4 8】



【0040】実施例1のA)のS-(+)-2-オクタノールの代わりに1, 1, 1-トリフルオロ-S-(-)-2-オクタノールを用いる以外は、実施例1と

同様にして、下記構造の光学活性化合物を得た。
【化49】



【0041】分析値：

i) $^1\text{H-NMR}$

δ (ppm) 0.8~2.1 (m 29H) 5.2 (m 1H) 5.6 (m 1H) 6.7~8.4 (m 11H) 11.15 (s 1H)

ii) IR

ν (cm $^{-1}$) 3150, 1738, 1671

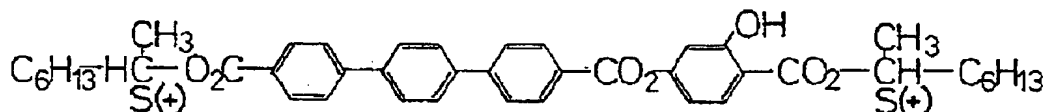
iii) MS

m/e 656 (M $^+$)

【0042】

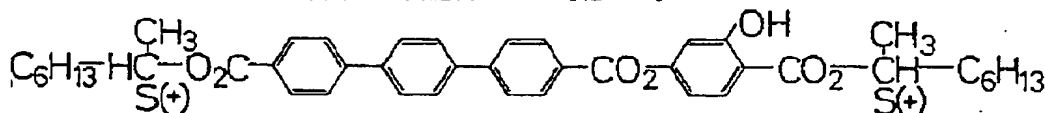
【実施例5】[3-ヒドロキシ-4-(S-(+)-1-メチルヘプチルオキシカルボニル)フェニル4'-(S-(+)-1-メチルヘプチルオキシカルボニル)ターフェニル-4'-カルボキシレート]の製造

【化50】



実施例1のパラヨウ安息香酸の代わりに、4-ブロモ-4'-ビフェニルカルボン酸を用いる以外は、実施例

1と同様にして下記構造の光学活性化合物を得た。
【化51】



【0043】分析値：

i) $^1\text{H-NMR}$

δ (ppm) 0.8~1.9 (m 32H) 5.2 (m 2H) 6.7~8.4 (m 15H) 11.14 (s 1H)

ii) IR

ν (cm $^{-1}$) 3432, 1736, 1693, 1664

4

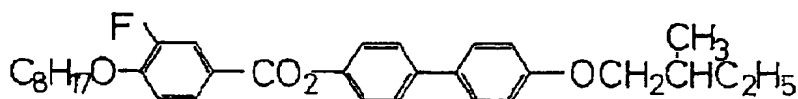
30 iii) MS

m/e 678 (M $^+$)

【0044】

【実施例6】上記の実施例1~5で得た光学活性化合物を下記(VIII)式に示すラセミ体の液晶化合物に10モル%混合して、カイラルスメックチック液晶組成物を製造した。

【化52】

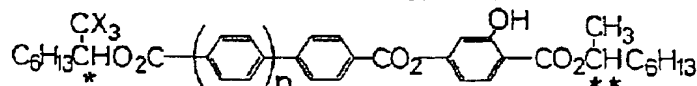


【0045】そして、それらの液晶組成物をそれぞれポリイミドレーピング処理を施したセルに注入し、電界強度4V/ μm の矩形波印加時のSc'相での、自発分極

(Ps)及び応答時間(τ)を測定した。それぞれの液晶組成物の物性値は表1に示す。

【表1】

【化53】



			絶対配置		Ps (Tc-10℃)	τ (Tc-10℃)	Ps (max)
NO.	X	n	C' C''		(nC/cm ²)	(μ s)	(nC/cm ²)
1	H	1	S S		46.1	65	71.1 (77.0℃)
2	H	1	R R		39.6	48	50.8 (94.0℃)
3	F	1	R R		37.3	122	100.1 (77.0℃)
4	F	1	S S		27.2	69	75.1 (86.0℃)
5	H	2	S S		34.2	68	77.4 (100.0℃)

Tc : Sc' 相の転移温度